

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to the manufacturing method of the fiber strengthening polyamide resin mold goods which have intensity suitable as machine parts, such as bearing, rigidity, and thermal resistance with respect to the manufacturing method of the strengthening polyamide resin mold goods by the alkali polymerization and the monomer casting method of lactams.

[0002]

[Description of the Prior Art] The so-called alkali polymerization and monomer casting method for carrying out the polymerization of the lactams in an operation of an alkali catalyst and a polymerization initiator, and obtaining polyamide resin mold goods are well-known (for example, JP,1-141914,A, 4-122774). The polyamide resin mold goods obtained by this method have self-lubricity, and since it has comparatively high intensity, rigidity, and thermal resistance, they are widely used for a roll, bearing, the gearing, etc. from the former. However, in the pyrosphere more than the glass transition temperature of polyamide resin, intensity and a rigid fall are intense, and a use is restricted. For this reason, the request of the mold goods which can be used under a high temperature service and high loading condition is strong, and it looks forward to mold goods excellent in intensity, rigidity, and thermal resistance.

[0003] In order to raise the intensity, rigidity, and thermal resistance of the polyamide resin mold goods by the monomer casting method, the method of blending various reinforcements is tried. Much constituents, mold goods, etc. with which the glass fiber which the reinforcement effect can receive greatly and cheaply especially was blended are proposed (JP,60-223822,A, 62-207330, 63-8417, 63-17957, 63-63720, 63-205351, etc.). however, the case where the lactams used by the monomer casting method were liquids with low viscosity, and it blends a glass fiber with lactams upwards in molding temperature since specific gravity is lower than a glass fiber -- metal mold -- it is very difficult to manufacture the mold goods which it was [mold goods] easy to produce sedimentation of a glass fiber during the polymerization inside, and distributed the glass fiber uniformly

[0004] By adding an organic thickener as a method of solving this problem, and making viscosity of lactams high, the method of making sedimentation of fillers, such as a blended glass fiber, late is indicated (JP,60-223822,A). However, it not only spoils the essential advantage of the monomer casting method for injecting or pouring the liquid of hypoviscosity into metal mold easily, but by this method, there is a fault to which intensity, rigidity, and thermal resistance fall.

[0005] Moreover, the method of blending plate-like matter (glass flakes etc.) with a glass fiber simultaneously, and suppressing curvature deformation of mold goods is indicated (JP,62-207330,A, 63-8417). However, this method has a bad fluidity, in order to use the plate-like matter together, and it has the fault to which the loadings of the larger glass fiber of the reinforcement effect are restricted. Moreover, the method of preventing efficiently without a side effect sedimentation of the glass fiber blended as a reinforcement also by how to have indicated others is not shown.

[0006] In the monomer casting method of lactams, the glass fiber blended as a reinforcement sediments

at the time of the polymerization of lactams, and the purpose of this invention has it in solving the trouble that the mold goods distributed uniformly are not obtained. That is, this invention offers intensity and the new manufacturing method excellent effectively and economically which obtains rigid outstanding strengthening polyamide resin mold goods also in the pyrosphere more than the glass transition temperature of polyamide resin, when the reinforcement effect blends a cheap large and glass fiber as main reinforcements and distributes it uniformly in mold goods.

[0007]

[Means for Solving the Problem] As a result of inquiring wholeheartedly, by blending a comparatively little minerals whisker with the glass fiber which are main reinforcements, this invention persons found out that the effect that a minerals whisker prevents sedimentation of a glass fiber was shown, and completed this invention.

[0008] this invention is the manufacturing method of the strengthening polyamide resin mold goods characterized by blending a glass fiber 5 - 30 weight sections, and the minerals whisker 0.5 - 10 weight sections to the lactams 100 polymerization section in the monomer casting method for carrying out the polymerization of the lactams in an operation of an alkali catalyst and a polymerization initiator, and obtaining polyamide resin mold goods.

[0009] this invention is explained in detail below. The monomer casting method of the lactams in this invention is a method of carrying out the polymerization of the lactams in an operation of an alkali catalyst and a polymerization initiator, and obtaining polyamide resin mold goods, and can be performed according to a well-known method in itself.

[0010] An epsilon caprolactam, omega-capryl, omega-RAURIN lactam, etc. are mentioned as an example of the lactams used by this invention. These lactams may be used independently and they may use two or more kinds together.

[0011] As an alkali catalyst, the well-known compound used by the alkali polymerization method of lactams can be used. As the example, the resultant of these and lactams etc. is mentioned to the hydride of alkali metal, alkaline earth metal, and those metals, an oxide, a hydroxide, an alkylation object or a Grignard compound, and a row. As for the amount of the alkali catalyst used, it is desirable to lactams 0.05-10-mol % and that it is the 0.2-5-mol range of % especially.

[0012] Also about a polymerization initiator, the well-known compound used by the alkali polymerization method of lactams can be used. As the example, N-acyl lactam, an organic isocyanate, a carbodiimide, an acid chloride, a urea derivative, etc. are mentioned, and, as for the amount used, it is desirable that it is 0.03-10-mol % to lactams.

[0013] Generally with the alkali polymerization and the monomer casting method of lactams, it is. The liquid which added the alkali catalyst to the temperature beyond the melting point at the lactams which carried out heating fusion And the liquid (henceforth B liquid) which added the polymerization initiator is prepared separately. (It is hereafter called A liquid) After mixing A liquid and B liquid, it injects or pours in into the metal mold held at the predetermined temperature below the melting point of the polyamide resin which is beyond the melting point of the used lactams, and is generated, polymerization solidification is carried out as it is, and polyamide resin mold goods are obtained. Mixed operation and injection to metal mold, or pouring operation with A liquid and B liquid may be performed simultaneously, or may be performed by preceding either. However, it is desirable to perform these operations by continuing for a short time as much as possible. It is desirable to adopt this common practice or the method according to this in this invention.

[0014] The glass fiber used by this invention is the thing of staple-fiber configurations, such as a MIRUDO glass fiber and a chopped glass fiber, mean fiber length and 5-500 micrometers of diameters of fiber reach the size, respectively, and there are 5-25 micrometers, and it is 10-200 micrometers and 8-20 micrometers preferably. There is especially no limit about the kind (component) of glass, and E glass, C glass, S glass, alkali-proof glass, etc. can be used.

[0015] The minerals whisker used by this invention is the thing of the shape of needle crystal of a mineral matter, and can mention silicon carbide, silicon nitride, a potassium titanate, a zinc oxide, boric-acid aluminum, basic magnesium sulfate, etc. as the example. Such sizes are ranges mean fiber length

*per 100
g of
lactams*

and whose diameters of fiber are 5-30 micrometers and 0.2-2 micrometers, respectively. The potassium-titanate whisker and boric-acid aluminum whisker mean fiber length and whose diameter of fiber are 10-30 micrometers and 0.3-1 micrometer, respectively are used suitably among these. The minerals whisker used by this invention may be a single kind, and may use together two or more kinds of things.

[0016] the loadings of a glass fiber -- the lactams 100 weight section -- receiving -- 5 - 30 weight section -- it is 10 - 25 weight section preferably If the loadings of a glass fiber do not have intensity and the rigid rigid and heat-resistant enough improvement effect in under 5 weight sections and exceed 30 weight sections on the other hand, at the time of the polymerization of lactams, a glass fiber will sediment and uniform distribution will not be obtained. Furthermore, since the viscosity of the lactams which blended the glass fiber becomes high and the advantage of the monomer casting method is spoiled, it is not desirable.

[0017] The loadings of a minerals whisker have desirable 0.5 - 10 weight section to the lactams 100 weight section. The uniform distribution of a glass fiber with few effects that the effect to intensity etc. turns up as for loadings, and they prevent sedimentation of a glass fiber under in the 0.5 weight section is not obtained. Moreover, if 10 weight sections are exceeded, since the minerals whisker of a certain thing is comparatively expensive, it is not economical. [of the effect to intensity etc.]

[0018] In this invention, although especially limitation does not have the method of blending a glass fiber and a minerals whisker with above-mentioned A liquid and/, or B liquid, it is desirable to blend a glass fiber after combination of a minerals whisker, and fully stirring is desirable, after blending both further.

[0019] In this invention, the plasticizer which does not check the polymerization reaction of lactams substantially in above-mentioned A liquid and/, or B liquid, a foaming agent, a coloring agent, an antioxidant, etc. can be added.

[0020]

[Effect of the Invention] According to the manufacturing method of this invention, in case the reinforcement effect blends a cheap high and glass fiber as main reinforcements, there is an advantage that the mold goods which sedimentation of a reinforcement distributed uniformly substantially very few are obtained, by using a minerals whisker together. Moreover, a minerals whisker has an effect in improvement in a heatproof and intensity, and the intensity at the time of an elevated temperature and rigidity of strengthening polyamide resin mold goods [especially] obtained improve sharply. It has the property which was extremely excellent as a result, and advantageous strengthening polyamide resin mold goods can be obtained economically.

[0021] In case this invention begins the roll which can be used suitably, bearing, a gearing, etc. and manufactures various kinds of strengthening polyamide resin mold goods also under a high temperature service and high loading condition, it is very useful.

[0022]

[Example] Hereafter, a concrete example and the example of comparison are shown. However, this invention is not limited to these examples.

[0023] 500g of anhydrous epsilon caprolactams was substantially put into the 1-511. flask of examples, after carrying out heating fusion at 140 degrees C, 2g (62.8% of oiliness) of sodium hydrides was added as an alkali catalyst, and mixed manufacture was carried out (A liquid). As [after, putting 500g of anhydrous epsilon caprolactams into another 11. flask substantially on the other hand and carrying out heating fusion at 140 degrees C] a polymerization initiator. Tolylene diisocyanate 8g was added, next specified quantity combination of a boric-acid aluminum whisker (Shikoku Chemicals *de borate*-ARUBOREKKUSU) and/, or the potassium-titanate whisker (Otsuka chemistry TOFIKA YD) was carried out, respectively, specified quantity combination of the MIRUDO glass fiber (Nitto Boseki Co., Ltd. PFE- 301 S) was carried out further, and mixed adjustment was carried out (B liquid). Next, after stirring A liquid and B liquid well respectively, both were poured into the metal mold made from aluminum immediately heated by 150 degrees C, polymerization solidification was carried out as it was, and the diameter of about 7cm and strengthening polyamide resin mold goods of about 23cm of effective heights were obtained.

[0024] The density in 23 degrees C of a part (a height of 4cm, 12cm, and 20cm) was measured from under the obtained mold goods (metal mold pars basilaris ossis occipitalis). Moreover, the test piece was created from mold goods and the flexural strength (the examining method ASTM D-790) in 23 degrees C, 100 degrees C, and 150 degrees C, a bending elastic modulus (this ASTM D-790), compressive strength (this ASTM D-695), and load deflection temperature (this ASTM D-648) were measured. The loadings and the measurement result of the glass fiber used for Table 1 and a minerals whisker are shown.

[0025]

[Table 1]

表 1

項目	条件	単位	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2
※配合量	ミルドガラス繊維	重量部	9	14	15	15	18	15	0
	カーボンアーミングワイヤー	重量部	0	0	3	4	1	0	0
	チタン酸カリウムワイヤー	重量部	1	1	0.5	4	1	0	0
測定結果	密度	高さ 4cm " 12cm " 24cm g/cc	1.218 1.218 1.218	1.234 1.234 1.234	1.255 1.255 1.255	1.272 1.273 1.272	1.261 1.260 1.260	1.300 1.231 1.180	1.161 1.161 1.161
	曲げ強度	温度 23℃ " 100℃ " 140℃ Mpa	118 48 42	124 50 43	128 52 45	136 57 47	134 55 46	—	110 38 35
	曲げ弾性率	温度 23℃ " 100℃ " 140℃ Mpa	4,170 845 690	4,560 891 695	4,670 922 750	4,790 973 738	4,750 947 738	—	3,010 726 631
	圧縮強度	温度 23℃ " 100℃ " 140℃ Mpa	98 40 36	102 45 39	104 47 41	111 53 45	108 49 43	—	90 36 31
	圧縮弾性率	温度 23℃ " 100℃ " 140℃ Mpa	4,010 790 524	3,110 845 543	3,120 880 578	3,210 927 605	3,130 910 592	—	2,690 665 405
	荷重たわみ温度	荷重 18.6kg/cm ²	℃	215	220	220	222	222	—

※ラクタム類100重量部に対する配合量

[0026] By the same method as an example 1, mold goods were obtained except having not blended an example of comparison 1 minerals whisker. The measurement result of the density of the mold goods performed like the example 1 is shown in Table 1. The density of these mold goods was sharply changed according to the part, and its distribution of a MIRUDO glass fiber was uneven.

[0027] By the same method as an example 1, mold goods were obtained except having not blended a MIRUDO glass fiber with an example of comparison 2 minerals whisker. The measurement result performed like the example 1 is shown in Table 1.

[Translation done.]

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 07149891 A

(43) Date of publication of application: 13 . 06 . 95

(51) Int. Cl

C08G 69/18
C08K 7/04
C08K 7/14
C08L 77/02

(21) Application number: 05296294

(22) Date of filing: 26 . 11 . 93

(71) Applicant: MEIWA KASEI KK

(72) Inventor: KURAMOTO YASUHIRO
KUSUDA SHIGEHISA
WADA YUTAKA

(54) PRODUCTION OF REINFORCED POLYAMIDE
RESIN MOLDED PRODUCT

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the molded product having both high mechanical strength and heat resistance at elevated temperatures under high load by incorporating a lactam with glass fibers and inorganic whisker followed by polymerization through monomer casting process in the presence of an alkali catalyst and polymerization initiator.

CONSTITUTION: A lactam (ϵ -caprolactam) is heated to 140°C and melted and then incorporated with an alkali

catalyst (e.g. sodium hydride), and further with the same lactam, a polymerization initiator (e.g. tolylene diisocyanate), 5-30 pts.wt. based on the lactam, of glass fibers and 0.5-10 pts.wt., based on the lactam, of inorganic whisker (e.g. potassium titanane whisker). The resultant blend is cast in an aluminum mold heated to 150°C and polymerized to solidification (i.e., monomer casting process), thus obtaining the molded product with both the glass fibers and inorganic whisker dispersed uniformly, having both high mechanical strength and heat resistance at elevated temperatures under high load.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-149891

(43)公開日 平成7年(1995)6月13日

(51)Int.Cl.⁶
C 0 8 G 69/18
C 0 8 K 7/04
7/14
C 0 8 L 77/02

識別記号 N R C

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全4頁)

(21)出願番号 特願平5-296294

(22)出願日 平成5年(1993)11月26日

(71)出願人 591018707

明和化成株式会社

山口県宇部市大字小串1988番地の20

(72)発明者 蔵本 康博

山口県宇部市大字小串1988番地の20 明和
化成株式会社内

(72)発明者 楠田 恵久

山口県宇部市大字小串1988番地の20 明和
化成株式会社内

(72)発明者 和田 豊

山口県宇部市大字小串1988番地の20 明和
化成株式会社内

(74)代理人 弁理士 伊丹 勝

(54)【発明の名称】 強化ポリアミド樹脂成形品の製造法

(57)【要約】

【構成】 ラクタム類のアルカリ重合・モノマーキャスティング法において、ラクタム類100重量部に対し、ガラス繊維5~30重量部および無機質ウィスカーオ.5~1.0重量部を配合する強化ポリアミド樹脂成形品の製造法。

【効果】 ガラス繊維、無機質ウィスカーガが均一に分散した高温、高荷重下において高い機械的、熱的性質を有する成形品を得ることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ラクタム類をアルカリ触媒および重合開始剤の作用で重合させてポリアミド樹脂成形品を得るモノマークリヤスティング法において、ラクタム類100重量部に対し、ガラス纖維5～30重量部および無機質ウイスカーオ.5～10重量部を配合することを特徴とする強化ポリアミド樹脂成形品の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ラクタム類のアルカリ重合・モノマークリヤスティング法による強化ポリアミド樹脂成形品の製造法に係わり、軸受などの機械部品として好適な強度、剛性および耐熱性を有する纖維強化ポリアミド樹脂成形品の製造法に係わる。

【0002】

【従来の技術および問題点】 ラクタム類をアルカリ触媒および重合開始剤の作用で重合させてポリアミド樹脂成形品を得るいわゆるアルカリ重合・モノマークリヤスティング法は公知である（例えば、特開平1-141914号、同4-122774号）。この方法で得られるポリアミド樹脂成形品は自己潤滑性があり、比較的高い強度、剛性および耐熱性を有するために、従来からローラ、軸受、歯車などに広く用いられている。しかし、ポリアミド樹脂のガラス転移温度以上の高温域においては強度および剛性の低下が激しく、用途が制限される。このため高温条件下および高荷重条件下で使用できる成形品の要望は強く、強度、剛性および耐熱性に優れた成形品が待望されている。

【0003】 モノマークリヤスティング法によるポリアミド樹脂成形品の強度、剛性および耐熱性を向上させるために、種々の強化材を配合する方法が試みられている。中でも補強効果が大きくかつ安価に入手できるガラス纖維が配合された組成物および成形品などが多数提案されている（特開昭60-223822号、同62-207330号、同63-8417号、同63-17957号、同63-63720号、同63-205351号など）。しかし、モノマークリヤスティング法で用いられるラクタム類は成形温度において、粘度の低い液体である上に比重がガラス纖維より低いために、ラクタム類にガラス纖維を配合した場合、金型内での重合中にガラス纖維の沈降が生じ易く、ガラス纖維を均一に分散させた成形品を製造することは非常に困難である。

【0004】 この問題を解決する方法として有機増粘剤を添加してラクタム類の粘度を高くすることによって、配合されたガラス纖維などの充填材の沈降を遅くする方法が開示されている（特開昭60-223822号）。しかし、この方法では低粘度の液体を容易に金型に射出あるいは注入するというモノマークリヤスティング法の本質的な利点を損なうばかりでなく、強度、剛性および耐熱性が低下する欠点がある。

【0005】 また、ガラス纖維と平板状物質（ガラスフレークなど）を同時に配合して成形品の反り変形を抑制する方法が開示されている（特開昭62-207330号、同63-8417号）。しかし、この方法は平板状物質を併用するために流動性が悪く、また、補強効果のより大きいガラス纖維の配合量が制限される欠点がある。また、他の開示された方法でも強化材として配合されるガラス纖維の沈降を副作用なく効率的に防止する方法は示されていない。

【0006】 本発明の目的は、ラクタム類のモノマークリヤスティング法において、強化材として配合されたガラス纖維がラクタム類の重合時に沈降し、均一に分散した成形品が得られないという問題点を解決することにある。すなわち、本発明は、補強効果が大きくかつ安価なガラス纖維を主要な強化材として配合し、成形品中に均一に分散させることによって、ポリアミド樹脂のガラス転移温度以上の高温域においても強度、剛性の優れた強化ポリアミド樹脂成形品を得る効果的かつ経済的に優れた新規な製造法を提供するものである。

【0007】

【問題点を解決するための手段】 本発明者らは、鋭意検討した結果、主要な強化材であるガラス纖維に比較的小量の無機質ウイスカーオを配合することにより、無機質ウイスカーオがガラス纖維の沈降を防ぐ効果を示すことを見いだし本発明を完成した。

【0008】 本発明は、ラクタム類をアルカリ触媒および重合開始剤の作用で重合させてポリアミド樹脂成形品を得るモノマークリヤスティング法において、ラクタム類100重量部に対し、ガラス纖維5～30重量部および無機質ウイスカーオ.5～10重量部を配合することを特徴とする強化ポリアミド樹脂成形品の製造法である。

【0009】 以下に本発明を詳細に説明する。本発明におけるラクタム類のモノマークリヤスティング法は、ラクタム類をアルカリ触媒および重合開始剤の作用で重合させてポリアミド樹脂成形品を得る方法であり、それ自体公知の方法に従って行うことができる。

【0010】 本発明で使用されるラクタム類の具体例としては、 ϵ -カプロラクタム、 ϵ -カプリルラクタム、 ϵ -ラウリンラクタムなどが挙げられる。これらのラクタム類は、単独で使用してもよく、2種類以上を併用してもよい。

【0011】 アルカリ触媒としては、ラクタム類のアルカリ重合法で使用される公知の化合物を用いることができる。その具体例としては、アルカリ金属、アルカリ土類金属、それらの金属の水素化物、酸化物、水酸化物、アルキル化物、またはグリニヤール化合物、ならびにこれらとラクタム類との反応生成物などが挙げられる。アルカリ触媒の使用量は、ラクタム類に対して0.05～1.0モル%、特に0.2～5モル%の範囲であることが

【0012】重合開始剤についても、ラクタム類のアルカリ重合法で使用される公知の化合物を用いることができる。その具体例としては、N-アシルラクタム、有機イソシアネート、カルボジイミド、酸塩化物、尿素誘導体などが挙げられ、その使用量は、ラクタム類に対して0.03~1.0モル%であることが好ましい。

【0013】一般的にラクタム類のアルカリ重合・モノマーキャスティング法では、融点以上の温度に加熱溶融したラクタム類にアルカリ触媒を添加した液（以下、A液という）および重合開始剤を添加した液（以下、B液という）を別々に調製し、A液とB液とを混合した後、使用したラクタム類の融点以上でかつ生成するポリアミド樹脂の融点以下の所定の温度に保持された金型の中へ射出あるいは注入し、そのまま重合固化させてポリアミド樹脂成形品を得る。A液とB液との混合操作および金型への射出あるいは注入操作は同時にてもよく、あるいはどちらか一方を先行して行ってもよい。ただし、これらの操作はできるだけ短時間に連続して行うのが好ましい。本発明においてはこの一般的な方法、あるいはこれに準ずる方法を採用するのが好ましい。

【0014】本発明で用いられるガラス繊維は、ミルドガラス繊維、ショップドガラス繊維などの短繊維形状のものであり、そのサイズは平均繊維長および繊維径がそれぞれ5~500μmおよび5~25μmあり、好ましくは10~200μmおよび8~20μmである。ガラスの種類（成分）については特に制限はなく、Eガラス、Cガラス、Sガラス、耐アルカリガラスなどを用いることができる。

【0015】本発明で用いられる無機質ウイスカーは、無機物質の針状結晶状のものであり、その具体例として炭化ケイ素、窒化ケイ素、チタン酸カリウム、酸化亜鉛、ホウ酸アルミニウム、塩基性硫酸マグネシウムなどを挙げることができる。これらのサイズは平均繊維長および繊維径がそれぞれ5~30μmおよび0.2~2μmの範囲である。これらの内、平均繊維長および繊維径がそれぞれ10~30μmおよび0.3~1μmのチタン酸カリウムウイスカーおよびホウ酸アルミニウムウイスカーが好適に使用される。本発明で用いられる無機質ウイスカーは単一の種類であってもよいし、2種類以上のものを併用してもよい。

【0016】ガラス繊維の配合量は、ラクタム類100重量部に対して5~30重量部、好ましくは10~25重量部である。ガラス繊維の配合量が5重量部未満では強度、剛性および耐熱性の向上効果が十分でなく、一方30重量部を超えると、ラクタム類の重合時にガラス繊維が沈降し均一な分散が得られない。さらに、ガラス繊維を配合したラクタム類の粘度が高くなりモノマーキャスティング法の利点が損なわれるので好ましくない。

【0017】無機質ウイスカーの配合量は、ラクタム類100重量部に対して0.5~1.0重量部が好ましい。

配合量が0.5重量部未満では、強度などへの効果がない上にガラス繊維の沈降を防ぐ効果が少なくガラス繊維の均一な分散が得られない。また、1.0重量部を超えると、強度などへの効果はあるものの、無機質ウイスカーは比較的高価であるので経済的でない。

【0018】本発明において、上述のA液およびあるいはB液にガラス繊維および無機質ウイスカーを配合する方法は特に限定はないが、無機質ウイスカーの配合後にガラス繊維を配合するのが好ましく、さらに両方を配合した後に十分に攪拌することが好ましい。

【0019】本発明において、上述のA液およびあるいはB液に実質的にラクタム類の重合反応を阻害しない可塑剤、発泡剤、着色剤、酸化防止剤などを添加することができる。

【0020】

【発明の効果】本発明の製造法によれば、補強効果が高くかつ安価なガラス繊維を主要な強化材として配合する際に、無機質ウイスカーを併用することにより、強化材の沈降が極めて少なく実質的に均一に分散した成形品が得られるという利点が有る。また、無機質ウイスカーは耐熱、強度の向上に効果があり、得られた強化ポリアミド樹脂成形品は特に高温時の強度および剛性が大幅に向上升する。結果として極めて優れた特性を有しあつ經濟的に有利な強化ポリアミド樹脂成形品を得ることができる。

【0021】本発明は、高温条件下および高荷重条件下でも好適に使用できるロール、軸受、歯車などをはじめ各種の強化ポリアミド樹脂成形品を製造する際に極めて有用である。

【0022】

【実施例】以下、具体的な実施例および比較例を示す。ただし、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0023】実施例1~5

1リットルフラスコに実質的に無水のε-カプロラクタム500gを入れ、140℃に加熱溶融した後、アルカリ触媒として水素化ナトリウム（油性62.8%）2gを加えて混合調製した（A液）。一方、別の1リットルフラスコに実質的に無水のε-カプロラクタム500gを入れ、140℃に加熱溶融した後、重合開始剤としてトリレンジイソシアネート8gを加え、次にホウ酸アルミニウムウイスカー（四国化成（株）アルボレックス）およびあるいはチタン酸カリウムウイスカー（大塚化学（株）トフィカーヤ）をそれぞれ所定量配合し、さらにミルドガラス繊維（日東紡績（株）PFE-301S）を所定量配合して混合調整した（B液）。次にA液とB液とを各々よく攪拌した後、両者を直ちに150℃に加熱されたアルミニウム製の金型に注入し、そのまま重合固化させて直径約7cm、有効高さ約23cmの強化ポリアミド樹脂成形品を得た。

【0024】得られた成形品の下（金型底部）から高さ4cm、12cmおよび20cmの個所の23℃における密度を測定した。また、成形品からテストピースを作成して23℃、100℃および150℃における曲げ強度（試験法ASTM D-790）、曲げ弾性率（同ASTM D-790）、圧縮強度（同ASTM D-6*

*95）、荷重たわみ温度（同ASTM D-648）を測定した。表1に使用したガラス繊維および無機質ウイスカーカーの配合量および測定結果を示す。

【0025】

【表1】

表 1

項目	条件	単位	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2
※配合量	ミルドガラス繊維	重量部	9	14	15	15	18	15	0
	硝酸アミニウムウイスカーカー	重量部	0	0	3	4	1	0	0
	チソ酸カリウムウイスカーカー	重量部	1	1	0.5	4	1	0	0
測定結果	密度	高さ4cm "12cm "24cm g/cc	1.218 1.218 1.218	1.234 1.234 1.234	1.255 1.255 1.255	1.272 1.273 1.272	1.261 1.260 1.260	1.300 1.231 1.180	1.161 1.161 1.161
	曲げ強度	温度23℃ "100℃ "140℃ Mpa	118 48 42	124 50 43	128 52 45	136 57 47	134 55 46	—	110 38 35
	曲げ弾性率	温度23℃ "100℃ "140℃ Mpa	4,170 845 690	4,560 891 695	4,670 922 699	4,790 973 750	4,750 947 738	—	3,010 726 631
	圧縮強度	温度23℃ "100℃ "140℃ Mpa	98 40 36	102 45 39	104 47 41	111 53 45	108 49 43	—	90 36 31
	圧縮弾性率	温度23℃ "100℃ "140℃ Mpa	4,010 790 524	3,110 880 543	3,120 927 605	3,210 910 592	3,130 910 592	—	2,690 665 405
	荷重たわみ温度	荷重18.6kg/cm ² ℃	215	220	220	222	222	—	200

※ラクタム類100重量部に対する配合量

【0026】比較例1

無機質ウイスカーカーを配合しなかった以外は実施例1と同様の方法により、成形品を得た。実施例1と同様に行つた成形品の密度の測定結果を表1に示す。この成形品の密度は個所により大きく変動して、ミルドガラス繊維の※

※分散が不均一であった。

30 【0027】比較例2

無機質ウイスカーカーとミルドガラス繊維を配合しなかった以外は実施例1と同様の方法により、成形品を得た。実施例1と同様に行つた測定結果を表1に示す。